

GRAPHITE PARTS FOR PULLING UP SINGLE CRYSTAL

Patent Number: JP8059387
 Publication date: 1996-03-05
 Inventor(s): KANO MASATO
 Applicant(s):: SUMITOMO METAL IND LTD
 Requested Patent: ☐ JP8059387
 Application Number: JP19940275107 19941109
 Priority Number(s):
 IPC Classification: C30B15/10
 EC Classification:
 Equivalents:

Abstract

PURPOSE: To prevent the failure of a graphite crucible by forming a projecting part in the bottom of the graphite crucible and/or in the central part of a graphite receiving base, forming a space around the projecting part and bringing the base of the graphite crucible and the front surface of the graphite receiving base into contact with each other by the projecting part.

CONSTITUTION: The projecting part 13 is formed in the bottom of the graphite crucible 11 of the graphite parts 10 for pulling up the single crystal constituted by including the graphite crucible 11 and the graphite receiving base 14. The space part 15 is formed around the projecting part 13. Since the base of the graphite crucible 11 and the front surface 14b of the graphite receiving base are brought into contact with each other by the projecting part 13, the center of the base of the graphite crucible 11 is supportable by the projecting part 13. Since the application of expanding force on the bottom of the graphite crucible 11 is prevented, the generation of the failure, such as chipping or cracking, in the bottom of the graphite crucible 11 is prevented. The melt temp. in the quartz crucible is maintained uniform by the heat insulating effect of the space part 15 around the projecting part 13 and, therefore, the rotating speed of the quartz crucible is lowered and the elution of oxygen atoms into the melt from the quartz crucible is suppressed. The concn. of the oxygen atoms contained in the single crystal to be pulled up is thus lowered.

Data supplied from the esp@cenet database - l2

Ref. #18
 99-3590 (2702)
 Hariprasad Sreedharamurthy
 09/757,121

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-59387

(43) 公開日 平成8年(1996)3月5日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 3 0 B 15/10

// H 0 1 L 21/208

P

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平6-275107

(22) 出願日 平成6年(1994)11月9日

(31) 優先権主張番号 特願平6-127806

(32) 優先日 平6(1994)6月9日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002118

住友金属工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 鹿野 正人

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

住友金属工業株式会社内

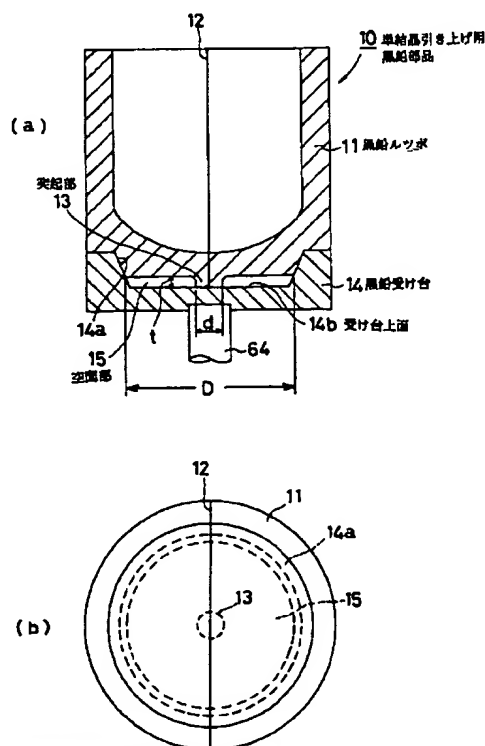
(74) 代理人 弁理士 井内 龍二

(54) 【発明の名称】 単結晶引き上げ用黒鉛部品

(57) 【要約】

【構成】 黒鉛ルツボ11底部中央部に突起部13が形成され、突起部13の周囲には空間部15が形成され、黒鉛ルツボ11底面と黒鉛受け台上面14bとが突起部13において接触している単結晶引き上げ用黒鉛部品。

【効果】 突起部13により黒鉛ルツボ11底部中央を支持することができ、黒鉛ルツボ11底部に膨張力が掛かるのを防止することができるため、黒鉛ルツボ11底部に破損が生じるのを防止することができる。また突起部13の周囲に空間部15が確保されているため、空間部15の断熱効果により溶融液の温度を均一に保つことができ、引き上げられる単結晶の品質を維持することができる。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であって、前記黒鉛ルツボ底部及び／または前記黒鉛受け台中央部に突起部が形成され、該突起部の周囲には空間部が形成され、前記黒鉛ルツボ底面と前記黒鉛受け台上面とが前記突起部において接触していることを特徴とする単結晶引き上げ用黒鉛部品。

【請求項2】 黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であって、前記黒鉛ルツボ底部及び／または前記黒鉛受け台中央部に突起部が形成され、該突起部の周囲には空間部が形成され、前記黒鉛ルツボ底面又は前記黒鉛受け台上面と前記突起部とが非接触であることを特徴とする単結晶引き上げ用黒鉛部品。

【請求項3】 突起部の形状が、黒鉛ルツボ底部側での直径が黒鉛受け台側での直径より大きい逆円錐台形状であることを特徴とする請求項1又は請求項2記載の単結晶引き上げ用黒鉛部品。

【請求項4】 突起部の黒鉛ルツボ底部側にR面取り加工が施されていることを特徴とする請求項1又は請求項2記載の単結晶引き上げ用黒鉛部品。

【請求項5】 黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であって、前記黒鉛ルツボ底面を支持する支持部材が前記黒鉛ルツボ底部と前記黒鉛受け台中央部との間に介装されていることを特徴とする単結晶引き上げ用黒鉛部品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は単結晶引き上げ用黒鉛部品に関し、より詳細にはチョクラスキー法（CZ法）等によりシリコン等の半導体単結晶を引き上げる際に用いられる単結晶引き上げ用黒鉛部品に関する。

【0002】

【従来の技術】 結晶成長方法のひとつとして、例えばCZ法に代表される引き上げ方法がある。図6はこのCZ法に用いられる結晶成長装置を示した模式的断面図であり、図中63はチャンバを示している。チャンバ63内には単結晶引き上げ用ルツボ（以下、単に引き上げ用ルツボと記す）60が配設されており、これは有底円筒形状の石英ルツボ62と、石英ルツボ62を支持すべく嵌合された同じく有底円筒形状の黒鉛ルツボ61とで構成されている。引き上げ用ルツボ60は支持軸64で支持され、矢印AまたはB方向に回転するようになっている。引き上げ用ルツボ60の外側には抵抗加熱式のヒータ65が配設され、ヒータ65の外側には保温筒66が配設されており、これらはそれぞれ引き上げ用ルツボ60と同心円状に配設されている。石英ルツボ62内にはヒータ65により熔融させた単結晶用原料の熔融液67が充填されており、また引き上げ用ルツボ60の中心軸

2

上にはワイヤ等で形成された引き上げ軸68が配設され、引き上げ軸68の下端部にはシードチャック68aを介して種結晶69aが取り付けられている。そして種結晶69aを熔融液67表面に接触させ、結晶の成長に合わせつつ引き上げ軸68を上方に引き上げることにより、熔融液67を凝固させ、単結晶69を成長させてゆくようになっている。

【0003】 ところで上記した結晶成長装置では、単結晶69を引き上げる際に引き上げ用ルツボ60がヒータ65で高温に加熱されるため、石英ルツボ62が軟化して黒鉛ルツボ61に密着する。他方、黒鉛の熱膨張係数は石英のその約10倍であるため、単結晶69引き上げ後に冷却されると、黒鉛ルツボ61の収縮が石英ルツボ62により妨げられ、黒鉛ルツボ61に円周方向の引っ張り応力が発生する。近年、単結晶の直径が大きくなり、引き上げ用ルツボ60の大形化が進んできたため、黒鉛ルツボ61に作用する前記引っ張り応力が増大して黒鉛ルツボ61が破損し易くなり、耐用回数が減少してきている。

【0004】 また、単結晶69の高品質化に伴い、単結晶69中に含有される酸素原子濃度を低下させることが望まれている。

【0005】 これらの問題や要求に対処するため、縦に2分割または3分割された黒鉛ルツボと、この黒鉛ルツボを保持する黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品が用いられている。図7は従来のこの種単結晶引き上げ用黒鉛部品に石英ルツボがセットされた状態を示した模式的断面図であり、(a)は縦断面図、(b)は(a)におけるA-A線断面図を示している。石英ルツボ62は図6に示したものと同様に形成され、石英ルツボ62の周囲には黒鉛ルツボ71が配設されており、黒鉛ルツボ71は分割面72で縦に2分割されている。黒鉛ルツボ71下部には黒鉛受け台73が配設され、黒鉛ルツボ71下部と黒鉛受け台73上部との間には空間部75が形成され、黒鉛受け台73は支持軸64により支持されており、これら黒鉛ルツボ71、黒鉛受け台73等を含んで単結晶引き上げ用黒鉛部品74が構成されている。黒鉛受け台73上部には嵌合部73aが形成されており、嵌合部73aに黒鉛ルツボ71下部が嵌合されることにより、黒鉛ルツボ71の分割面72が密接し、石英ルツボ62が保持されるようになっている。このように構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品74を用いて単結晶を引き上げると、石英ルツボ62から黒鉛ルツボ71、黒鉛受け台73、支持軸64を伝わり外部に放散される熱が空間部75により遮断される。すると石英ルツボ62下部近傍における熔融液67gの温度低下が抑制され、熔融液67全体の温度が均一化され易くなる。このため支持軸64、黒鉛受け台73、黒鉛ルツボ71を介して石英ルツボ62を回転し、熔融液67を攪拌して温度の均一化を図る必要が少なくなり、

3

攪拌に伴う溶液 6 7 と石英ルツボ 6 2 内面との接触反応が抑制される。この結果、石英ルツボ 6 2 から溶液 6 7 中に酸素原子が溶出するのが抑制され、溶液 6 7 中の含有酸素原子濃度が低下し、引き上げられる単結晶（図示せず）中の含有酸素原子濃度が減少する。

【0006】また単結晶引き上げ後、石英ルツボ 6 2、単結晶引き上げ用黒鉛部品 7 4 の温度を低下させると、図 6 に示した黒鉛ルツボ 6 1 の場合と同様、黒鉛ルツボ 7 1 に円周方向の引っ張り応力が発生する。しかし黒鉛ルツボ 7 1 が分割されているため、黒鉛ルツボ 7 1 の外周下部 7 1 a を支点とする矢印 B 方向への回転運動が生じ、分割面 7 2 が開口して前記引っ張り応力が開放され、黒鉛ルツボ 7 1 の破損防止が図られる（実開昭 58-121377 号公報）。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】単結晶 6 9 を引き上げる際、溶液 6 7 の全部を引き上げることが難しいため、単結晶 6 9 を引き上げた後には石英ルツボ 6 2 内下部に溶液 6 7 が残留している場合が多い。

【0008】上記した単結晶引き上げ用黒鉛部品 7 4 においては、石英ルツボ 6 2 内に溶液 6 7 が残留した状態で凝固すると、黒鉛ルツボ 7 1 下部の内側から下方へ向けて欠けが発生し易く、また黒鉛ルツボ 7 1 下部の略中央から半径方向へ向けて割れが発生し易いという課題があった。

【0009】本発明はこのような課題に鑑みなされたものであり、石英ルツボ内に溶液が残留している場合においても、冷却中黒鉛ルツボに欠けや割れが発生するのを防止することができるとともに、単結晶中に含有される酸素原子濃度を減少させることができる単結晶引き上げ用黒鉛部品を提供することを目的としている。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品は、黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であって、前記黒鉛ルツボ底部及び／または前記黒鉛受け台中央部に突起部が形成され、該突起部の周囲には空間部が形成され、前記黒鉛ルツボ底面と前記黒鉛受け台上面とが前記突起部において接触していることを特徴としている（1）。

【0011】また本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品は、黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であって、前記黒鉛ルツボ底部及び／または前記黒鉛受け台中央部に突起部が形成され、該突起部の周囲には空間部が形成され、前記黒鉛ルツボ底面又は前記黒鉛受け台上面と前記突起部とが非接触であることを特徴としている（2）。

【0012】また本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品は、上記（1）又は上記（2）記載の単結晶引き上げ用黒鉛部品であって、突起部の形状が、黒鉛ルツボ底部

4

側での直径が黒鉛受け台側での直径より大きい逆円錐台形状であることを特徴としている（3）。

【0013】また本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品は、上記（1）又は上記（2）記載の単結晶引き上げ用黒鉛部品であって、突起部の黒鉛ルツボ底部側に R 面取り加工が施されていることを特徴としている。（4）また本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品は、黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であって、前記黒鉛ルツボ底面を支持する支持部材が前記黒鉛ルツボ底部と前記黒鉛受け台中央部との間に介装されていることを特徴としている（5）。

【0014】

【作用】図 8 は従来の単結晶引き上げ用黒鉛部品を模式的に示した断面図であり、（a）は残留溶液の凝固状態、（b）は残留溶液の凝固が完了したときの応力発生状況を示している。単結晶 6 9（図 6）の引き上げが終了し、ヒータ 6 5（図 6）の印加電力をオフすると、石英ルツボ 6 2 下部に溶液 6 7 a が残留している場合、残留溶液 6 7 a 上面や石英ルツボ 6 2 との接触面から熱が奪われ、残留溶液 6 7 a は外側の溶液 6 7 b から内側の溶液 6 7 c、6 7 d へ向けて次第に凝固してゆく。石英ルツボ 6 2 の下部中央 6 2 a 近傍は空間部 7 5 による断熱作用が大きく、かつ残留溶液 6 7 a の深さが最大で熱容量も大きいので、この箇所溶液 6 7 e が最終的に固化して残留溶液 6 7 a 全体の凝固が完了することとなる（a）。このとき、石英ルツボ 6 2 は黒鉛ルツボ 7 1 により拘束されている。また溶液 6 7 e の上方はすでに比較的厚く固化している一方、石英ルツボ 6 2 の下部中央 6 2 a は軟化状態にある。また S1 は凝固の際に体積が膨張する性質を有しており、したがってこの膨張力 F により石英ルツボ 6 2 の下部中央 6 2 a が押し下げられ、残留溶液 6 7 a が比較的多い際には、石英ルツボ 6 2 の底部中央 6 2 b に下方へ突き出る割れが発生する場合もある。すると黒鉛ルツボ 7 1 底部下方に空間部 7 5 があるため、黒鉛ルツボ 7 1 底部に下方への曲げ応力が掛かり、前記引っ張り応力との相乗作用により、下部中央 7 1 c を起点とした破壊が発生し、下方への欠け 7 6 や半径方向への割れ（図示せず）が進行することとなる（b）。

【0015】上記構成の単結晶引き上げ用黒鉛部品（1）によれば、黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であって、前記黒鉛ルツボ底部及び／または前記黒鉛受け台中央部に突起部が形成され、該突起部の周囲には空間部が形成され、前記黒鉛ルツボ底面と前記黒鉛受け台上面とが前記突起部において接触しているので、前記突起部により前記黒鉛ルツボの底部中央が支持され、前記黒鉛ルツボの底部に曲げ応力が掛かるのを防止して、前記黒鉛ルツボの底部に欠けや割れ等の破損が生じるのを防止し得ることとなる。また前記突起部の周囲に前記空間部が確保されてお

り、該空間部の断熱効果により石英ルツボ内における熔融液の温度を均一にし得るため、前記石英ルツボの回転速度を抑え、前記石英ルツボから前記熔融液中に酸素原子が溶出するのを抑制し、引き上げられる単結晶中の含有酸素原子濃度を低く維持し得ることとなる。

【0016】また上記構成の単結晶引き上げ用黒鉛部品(2)によれば、黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であって、前記黒鉛ルツボ底部及び/または前記黒鉛受け台中央部に突起部が形成され、該突起部の周囲には空間部が形成され、前記黒鉛ルツボ底面又は前記黒鉛受け台上面と前記突起部とが非接触であるため、断熱効果がより高まる他、前記曲げ応力が掛かることにより黒鉛ルツボの底部が変形して突起部と接触することとなり、上記単結晶引き上げ用黒鉛部品(1)の場合と同様の作用が得られることとなる。

【0017】また上記構成の単結晶引き上げ用黒鉛部品(3)または(4)によれば、上記(1)又は上記(2)記載の単結晶引き上げ用黒鉛部品において、突起部の形状が逆円錐台である、または、突起部の黒鉛ルツボ底部側にR面取り加工が施されているので、前記突起部近傍における前記曲げ応力の集中が緩和されることとなり、前記突起部近傍からの割れや欠けの発生を防止する作用が高められることから、上記単結晶引き上げ用黒鉛部品(1)の作用がより高められる。

【0018】また上記構成の単結晶引き上げ用黒鉛部品(5)によれば、黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であって、前記黒鉛ルツボ底面を支持する支持部材が前記黒鉛ルツボ底部と前記黒鉛受け台中央部との間に介装されているので、前記支持部材により前記黒鉛ルツボの底部中央を支持し得るとともに、前記支持部材の周囲に空間部を確保し得ることとなり、上記単結晶引き上げ用黒鉛部品(1)の場合と同様の作用が得られることとなる。

【0019】なお、前記突起部、前記支持部材の断面形状は特に限定されるものではないが、前記熔融液における温度分布の均一性を確保するため、円形状であることが望ましい。

【0020】また、前記突起部、前記支持部材の形状が小さ過ぎると前記曲げ応力によりこれらが破壊されるため、前記突起部、前記支持部材の直径は約10mm以上に形成されることが望ましい。

【0021】また、前記空間部の隙間間隔については、単結晶引き上げ用黒鉛部品(2)の場合、前記黒鉛ルツボ底面または、前記黒鉛ルツボ受け台上面と、前記突起部との隙間が小さいほど、黒鉛ルツボの底部が変形して突起部と接触し易いことから、少なくとも該突起部周囲の空間部直径Dの $1/150$ 以下であることが好ましい。ただし、それ以上であっても、突起部を形成することにより、応力集中部の厚さを壊して応力集中を分散

する効果があるため、割れ欠け防止に効果がある。また、単結晶引き上げ用黒鉛部品(3)、(4)についても同様である。

【0022】また、引き上げられる単結晶の品質に及ぼす影響を少なくするため、前記突起部、前記支持部材の断面積は前記空間部が占める断面積の20%以下に設定するのが望ましい。

【0023】また、応力の集中を阻止するため、前記黒鉛ルツボ底部、前記黒鉛受け台中央部と前記突起部との結合部における形状は十分にR面取り加工が施されたものが望ましい。

【0024】

【実施例及び比較例】以下、本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品の実施例を図面に基いて説明する。なお、従来例と同一の機能を有する構成部品には同一の符号を付すこととする。図1は本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品の実施例を模式的に示した断面図であり、

(a)は縦断面図、(b)は(a)の平面図を示している。黒鉛ルツボ11は分割面12で縦に2分割されており、黒鉛ルツボ11底部中央には直径dの突起部13が形成されている。一方、黒鉛受け台14上部には嵌合部14aが形成されており、嵌合部14aに黒鉛ルツボ11下部が嵌合されると、黒鉛ルツボ11の分割面12が密接し、石英ルツボ(図示せず)が保持されるとともに、突起部13下面と黒鉛受け台14上面とが接触するあるいは非接触であるようになっている。突起部13の周囲には外径Dの空間部15が形成され、黒鉛受け台14は支持軸64により支持されており、これら黒鉛ルツボ11、黒鉛受け台14等を含んで単結晶引き上げ用黒鉛部品10が構成されている。

【0025】以下に、単結晶引き上げ用黒鉛部品10を用い、図6に示した結晶成長装置により加熱冷却操作を繰り返した結果について説明する。黒鉛ルツボ11の内径は約310mm、空間部15の外径Dは約200mmのものをを用い、空間部の隙間tは10mmとした。突起部13の形状は円筒形状、直径dは約20mm～約50mmのものをを用い、突起部13の黒鉛ルツボ11底部側のR面取り加工は半径にして3.0mmとした。突起部13下面と黒鉛受け台14上面との距離(図示せず)は0.0mm～3.0mmとし、所定量の多結晶Siを石英ルツボ62(図6)に装入・加熱し、下部中央62a(図8)から略100mmの高さになるように熔融させた後、単結晶の引き上げは行なわずに冷却・凝固させた。その他の条件は通常の単結晶引き上げの場合と同様に行ない、この工程を数回繰り返し、黒鉛ルツボ11の外観を調査した。また比較例の1つとして、突起部13が形成されていない図7に示したのものを用いた。調査結果を下記の表1に示した。

【0026】

【表1】

	形成部位	非接触距離	直径	形状	R面取り半径	測定回数	黒鉛ルツボの状態
比較例1	—	—	—	—	—	5	大欠け発生
実施例1	黒鉛ルツボ	0.0	20	円筒	3.0	15	小欠け発生。継続使用可能
実施例2	〃	0.0	50	〃	3.0	17	〃
実施例3	〃	1.0	50	〃	3.0	17	〃
実施例4	〃	1.3	50	〃	3.0	17	〃
実施例5	〃	1.5	50	〃	3.0	13	〃
実施例6	〃	2.0	50	〃	3.0	10	〃
実施例7	〃	3.0	50	〃	3.0	8	〃
実施例8	黒鉛受け台	0.0	50	〃	—	17	〃
実施例9	〃	0.5	50	〃	—	17	〃
実施例10	〃	1.0	50	〃	—	17	〃
実施例11	〃	1.3	50	〃	—	17	〃
実施例12	〃	1.5	50	〃	—	13	〃
実施例13	〃	2.0	50	〃	—	10	〃
実施例14	〃	3.0	50	〃	—	8	〃
実施例15	黒鉛ルツボ	0.0	50	逆円錐台形	—	20	欠け発生なし。継続使用可
実施例16	〃	0.5	50	〃	—	20	〃
実施例17	〃	1.0	50	〃	—	20	〃
実施例18	〃	1.3	50	〃	—	20	〃
実施例19	〃	1.5	50	〃	—	15	小欠け発生。継続使用可能
実施例20	〃	2.0	50	〃	—	12	〃
実施例21	〃	3.0	50	〃	—	10	〃

【0027】

30 【表2】

	形成部位	非接触距離	直径	形状	R面取り半径	測定回数	黒鉛ルツボの状態
実施例22	〃	0.0	50	円筒	10	20	欠け発生なし。継続使用可
実施例23	〃	0.5	50	〃	10	20	〃
実施例24	〃	1.0	50	〃	10	20	〃
実施例25	〃	1.3	50	〃	10	20	〃
実施例26	〃	1.5	50	〃	10	20	小欠け発生。継続使用可能
実施例27	〃	2.0	50	〃	10	16	〃
実施例28	〃	3.0	50	〃	10	13	〃
実施例29	〃	0.0	50	〃	—	10	〃
実施例30	〃	0.5	50	〃	—	17	〃
実施例31	〃	1.0	50	〃	—	17	〃
実施例32	〃	1.3	50	〃	—	17	〃
実施例33	〃	1.5	50	〃	—	13	〃
実施例34	〃	2.0	50	〃	—	10	〃
実施例35	〃	3.0	50	〃	—	8	〃

【0028】表1から明らかなように、突起部13が形成されていない比較例1のものでは、黒鉛ルツボ71

(図7)底部上面から底面にいたる大きい欠けが発生し、繰返し回数5回で使用不能になった。一方、突起部13の直径dが約20mmのもの(実施例1)では、繰返し回数15回で黒鉛ルツボ11底部上面に比較的小さい欠けが発生したが、さらに継続使用が可能であった。また突起部13の直径dが約50mmのもの(実施例2)では、繰返し回数17回で黒鉛ルツボ11底部上面に比較的小さい欠けが発生したが、さらに継続使用

が可能であった。

【0029】次に、突起部13下面と黒鉛受け台14上面との距離が0.0mm~3.0mmである実施例2~4及び実施例5~7を比較すると、前記距離が1.3mmである実施例4では測定回数17回にして初めて小欠けが発生したのに対し、前記距離が1.5mmである実施例5では測定回数13回で小欠けが発生した。前記距離数は大きいほど黒鉛ルツボの損傷は早かった。実施例2~4及び実施例5~7により前記距離は1.3以下であるのがより望ましいことがわかった。つまり、本実施例にあっては、空間部15の外径Dは約200mmであることから、突起部13下面と黒鉛受け台14上面との距離はD/150以下であるのが望ましい。

【0030】また確認のため、4インチの単結晶を引き上げ、この単結晶中の含有酸素濃度を測定した結果、実施例1~7の場合の含有酸素濃度は比較例1の場合の含有酸素濃度と略同じであり、単結晶の性状に異常はなかった。

【0031】上記測定結果及び説明から明らかなように、実施例1、2に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品10では、黒鉛ルツボ11と黒鉛受け台14とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品10であって、黒鉛ルツボ11底部に突起部13が形成され、突起部13の周囲には空間部15が形成され、黒鉛ルツボ11底面と黒鉛受け台上面14bとが突起部13において接触しているので、突起部13により黒鉛ルツボ11底部中央を支持することができ、黒鉛ルツボ11底部に膨張力Fが掛かるのを防止することができ、したがって黒鉛ルツボ11底部に欠けや割れ等の破損が生じるのを防止することができる。また突起部13の周囲に空間部15を確保することができ、空間部15の断熱効果により石英ルツボ内における熔融液の温度を均一にすることができるため、石英ルツボの回転速度を抑え、石英ルツボから熔融液中に酸素原子が溶出するのを抑制し、引き上げられる単結晶(図示せず)中の含有酸素原子濃度を低く維持することができる。また、実施例3~7に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品10では、黒鉛ルツボ11と黒鉛受け台14とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品10であって、黒鉛ルツボ11底部に突起部13が形成され、突起部13の周囲には空間部15が形成され、黒鉛

受け台上面14bと突起部13とが非接触であり、曲げ応力が掛かることにより黒鉛ルツボ11の底部が変形し突起部13が受け台上面14bと接触する。および、石英ルツボとの接触部での応力集中を緩和することから、上記実施例1~2と同様の効果を得ることができる。なお、非接触距離はD/150以下であるのがより望ましい。

【0032】図2は別の実施例及び比較例に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品を模式的に示した断面図であり、図中21は黒鉛ルツボを示している。黒鉛ルツボ21は分割面22で縦に2分割されている。一方、黒鉛受け台24の上面24b中央には直径dの突起部23が形成され、黒鉛受け台上面24bには嵌合部24aが形成されており、嵌合部24aに黒鉛ルツボ21下部が嵌合されると、黒鉛ルツボ21の分割面22が密接し、石英ルツボ(図示せず)が保持されるとともに、突起部23上面と黒鉛ルツボ底面21aとが接触する、または非接触であるようになっている。突起部23の周囲には外径Dの空間部25が形成され、黒鉛受け台24は支持軸64により支持されており、これら黒鉛ルツボ21、黒鉛受け台24等を含んで単結晶引き上げ用黒鉛部品20が構成されている。

【0033】以下に、単結晶引き上げ用黒鉛部品20を用い、図6に示した結晶成長装置により加熱冷却操作を繰返し行なった結果について説明する。突起部23の直径dは約50mmのものを用い、突起部23上面と黒鉛ルツボ底面21aとの距離は0mm~3.0mmとし、その他の実験条件は実施例2~7の場合と同様に行った。調査結果を表1に示した。

【0034】表1から明らかなように、実施例8~11のものでは、測定回数17回にして初めて小欠け破損が発生し、継続使用が可能であったのに対し、前記距離が1.5mmである実施例12では、測定回数13回で小欠けが発生した。前記距離数は大きいほど黒鉛ルツボの損傷は早かった。このことから、突起部23上面と黒鉛ルツボ底面21aとの距離に関しては、実施例2~4及び実施例5~7の場合と同様のことがいえる。

【0035】また確認のため、4インチの単結晶を引き上げ、この単結晶中の含有酸素濃度を測定した結果、実施例8~11の場合の含有酸素濃度は比較例1の場合の含有酸素濃度と略同じであり、単結晶の性状に異常はなかった。

【0036】上記測定結果及び説明から明らかなように、実施例8に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品20では、黒鉛ルツボ21と黒鉛受け台24とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品20であって、黒鉛受け台24中央部に突起部23が形成され、突起部23の周囲には空間部25が形成され、黒鉛ルツボ底面21aと黒鉛受け台上面24bとが突起部23において接触しているので、突起部23により黒鉛ルツボ21底部中央を

支持することができるとともに、突起部23の周囲に空間部25を確保することができ、実施例1~2の場合と同様の効果を得ることができる。また、実施例8~11に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品20では、黒鉛ルツボ21と黒鉛受け台24とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品20であって、黒鉛受け台24中央部に突起部23が形成され、突起部23の周囲には空間部25が形成され、黒鉛ルツボが底面21aと突起部23とが非接触であり、実施例3~7の場合と同様の効果を得ることができる。また、前記効果を得るには非接触距離が $D/150$ 以下であるのがより望ましい。

【0037】また、さらに別の実施例では、黒鉛ルツボの底部中央に突起部が形成されるとともに、黒鉛受け台の上面中央に突起部が形成され、嵌合部に前記黒鉛ルツボの下部が嵌合された際、前記各突起部の両端面が接触する、又は非接触であるように構成されたものでもよい。

【0038】図3はさらに別の実施例及び比較例に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品を模式的に示した断面図であり、図中31は黒鉛ルツボを示している。黒鉛ルツボ31は分割面32で縦に2分割されており、黒鉛ルツボ31底部中央には逆円錐台形状の突起部33が形成されている。突起部33の直径は黒鉛受け台34側において50mm、黒鉛ルツボ側において直径は80mmのものをを用いた。一方、黒鉛受け台34上部には嵌合部34aが形成されており、嵌合部34aに黒鉛ルツボ31下部が嵌合されると、黒鉛ルツボ31の分割面32が密接し、石英ルツボ(図示せず)が保持されるとともに、突起部33下面と黒鉛受け台34上面とが接触するあるいは非接触であるようになっている。突起部33の周囲には外径Dの空間部35が形成され、黒鉛受け台34は支持軸64により支持されており、これら黒鉛ルツボ31、黒鉛受け台34等を含んで単結晶引き上げ用黒鉛部品30が構成されている。

【0039】以下に、単結晶引き上げ用黒鉛部品30を用い、図6に示した結晶成長装置により加熱冷却操作を繰り返し行なった結果について説明する。突起部33下面と黒鉛受け台上面34bとが接している場合とそうでない場合とで実験を行い、R面取り加工はせず、その他の実験条件は実施例2~4及び実施例5~7の場合と同様に行った。調査結果を表1に示した。

【0040】表1から明らかなように、突起部が円筒形状である実施例2では測定回数17回にして小欠けが発生したのに対し、突起部が逆円錐台形状である実施例15~18のものでは、測定回数20回行った後でも欠けは認められず、その後も継続使用が可能であった。また、突起部33と受け台上面34bとの距離が1.5mmである実施例19では、測定回数15回で小欠けが発生し、前記距離数は大きいほど黒鉛ルツボの損傷は早かった。

【0041】確認のため、4インチの単結晶を引き上げ、この単結晶中の含有酸素濃度を測定した結果、実施例15~21の場合の含有酸素濃度は比較例1の場合の含有酸素濃度と略同じであり、単結晶の性状に異常はなかった。

【0042】上記測定結果及び説明から明らかなように、実施例15~21に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品30では、突起部33が逆円錐台形状であり、これにより黒鉛ルツボ21底部中央を支持することができるとともに、曲げ応力の応力集中を緩和することができるため、実施例1~7の場合の効果をより高めることができる。また、突起部33と受け台上面34bとの距離に関しては、実施例2~4及び実施例5~7の場合と同様のことがいえる。

【0043】なお、実施例15~21に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品にあっては、突起部33が黒鉛ルツボ31底部中央に形成されている場合を示したが、何らこれに限定されるものではなく、別の実施例では突起部33は黒鉛受け台34中央に形成されていてもよい。この場合も、突起部33の黒鉛ルツボ31側面積が黒鉛受け台34側面積より広くなるよう形成されているのが望ましい。

【0044】図4はさらに別の実施例に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品を模式的に示した断面図であり、図中41は黒鉛ルツボを示している。黒鉛ルツボ41は分割面42で縦に2分割されており、黒鉛ルツボ41底部中央には突起部43が形成されており、突起部43の黒鉛ルツボ底部41b側には半径にして10mmのR面取り加工がなされている。その他の単結晶引き上げ用部品40に関しては実施例1~7の場合と同様に構成されている。以下に、単結晶引き上げ用黒鉛部品40を用い、図4に示した結晶成長装置により加熱冷却操作を繰り返し行なった結果について説明する。突起部43下面と黒鉛受け台上面44bとが接している場合とそうでない場合とで実験を行い、その他の実験条件は実施例2~4及び実施例5~7の場合と同様に行った。調査結果を表2に示した。

【0045】表2から明らかなように、実施例2では測定回数17回にして小欠けが初めて発生したのに対し、実施例22~25では、測定回数20回行った後にも欠けの発生は認められず、その後も継続使用が可能であった。また、突起部43と受け台上面44bとの距離が1.5mmである実施例26では、測定回数16回で小欠けが発生し、前記距離数は大きいほど黒鉛ルツボの損傷は早かった。

【0046】確認のため、4インチの単結晶を引き上げ、この単結晶中の含有酸素濃度を測定した結果、実施例22~28の場合の含有酸素濃度は比較例1の場合の含有酸素濃度と略同じであり、単結晶の性状に異常はなかった。

【0047】上記測定結果及び説明から明らかなように、実施例22～28に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品40では、突起部43の黒鉛ルツボ底部41b側にR面取り加工が施されており、逆円錐台形状突起部の場合と同様に、黒鉛ルツボ41底部中央を支持することができる。また、曲げ応力の集中が緩和されるため、実施例1～4の場合の効果をより高めることができる。また、突起部43と受け台上面44bとの距離に関しては、実施例2～4及び比較例2～4の場合と同様のことがいえる。

【0048】図5はさらに別の実施例及び比較例に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品を模式的に示した断面図であり、図中51は黒鉛ルツボを示している。黒鉛ルツボ51は分割面52で縦に2分割されている。一方、黒鉛受け台54の上面54b中央には穴53aが形成され、穴53aには直径dの支持部材53が挿入されている。黒鉛受け台54上部には嵌合部54aが形成されており、嵌合部54aに黒鉛ルツボ51下部が嵌合されると、黒鉛ルツボ51の分割面52が密接し、石英ルツボ(図示せず)が保持されるとともに、支持部材53上面と黒鉛ルツボ51底面とが接触あるいは非接触となっている。支持部材53の周囲には外径Dの空間部55が形成され、黒鉛受け台54は支持軸64により支持されており、これら黒鉛ルツボ51、黒鉛受け台54等を含んで単結晶引き上げ用黒鉛部品50が構成されている。

【0049】表1から明らかなように、実施例29～32に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品50では、支持部材53により黒鉛ルツボ51底部中央を支持することができる。また、突起部53の周囲に空間部55を確保することができる。また、支持部材53上面と黒鉛ルツボ51底面との距離が1.5mmである実施例33では、測定回数13回で小欠けが発生し、前記距離数が多いほど黒鉛ルツボの損傷は早いことから、実施例2～4及び実施例5～7の場合と同様のことがいえる。

【0050】また別の実施例では、黒鉛受け台54の上面54b中央に穴53aが形成されることなく、黒鉛受け台54上面中央と黒鉛ルツボ51底面中央とに接触する直径dの支持部材が介装されていてもよい。

【0051】なお上記実施例1～20ではいずれも2分割された黒鉛ルツボを例に挙げて説明したが、黒鉛ルツボは3分割されたものであってもよい。

【0052】

【発明の効果】以上詳述したように本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品(1)にあつては、黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であつて、前記黒鉛ルツボ底部及び/または前記黒鉛受け台中央部に突起部が形成され、該突起部の周囲には空間部が形成され、前記黒鉛ルツボ底面と前記黒鉛受け台上面とが前記突起部において接触している、前記

突起部により前記黒鉛ルツボの底部中央を支持することができ、前記黒鉛ルツボの底部に膨張力が掛かるのを防止して、前記黒鉛ルツボの底部に欠けや割れ等の破損が生じるのを防止することができる。また前記突起部の周囲に前記空間部が確保されているので、該空間部の断熱効果により石英ルツボ内における溶融液の温度を均一にすることができる。前記石英ルツボの回転速度を抑え、前記石英ルツボから前記溶融液中に酸素原子が溶出するのを抑制し、引き上げられる単結晶中の含有酸素原子濃度を低く維持することができる。

【0053】また本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品(2)にあつては、黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であつて、前記黒鉛ルツボ底部及び/または前記黒鉛受け台中央部に突起部が形成され、該突起部の周囲には空間部が形成され、前記黒鉛ルツボ底面又は前記黒鉛受け台上面と前記突起部とが非接触であるため、曲げ応力が掛かることにより黒鉛ルツボの底部が変形し突起部と接触することとなり、上記単結晶引き上げ用黒鉛部品(1)の場合と同様の効果を得ることができる。

【0054】また本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品(3)、(4)にあつては、上記(1)、(2)記載の単結晶引き上げ用黒鉛部品において、突起部の形状が逆円錐台形状である。または、突起部の黒鉛ルツボ底部側にR面取り加工が施されているので、前記突起部近傍における曲げ応力の集中を緩和することができ、突起部近傍からの割れや欠けの発生を防止する効果が高められ、上記単結晶引き上げ用黒鉛部品(1)の効果をより高めることができる。

【0055】また、本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品(5)にあつては、黒鉛ルツボと黒鉛受け台とを含んで構成された単結晶引き上げ用黒鉛部品であつて、前記黒鉛ルツボ底面を支持する支持部材が前記黒鉛ルツボ底部と前記黒鉛受け台中央部との間に介装されているので、前記支持部材により前記黒鉛ルツボの底部中央を支持することができる。また、前記支持部材の周囲に空間部を確保することができる。また、上記単結晶引き上げ用黒鉛部品(1)の場合と同様の効果を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品の実施例を模式的に示した断面図であり、(a)は縦断面図、(b)は平面図を示している。

【図2】別の実施例に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品を模式的に示した断面図である。

【図3】さらに別の実施例に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品を模式的に示した断面図である。

【図4】さらに別の実施例に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品を模式的に示した断面図である。

【図5】さらに別の実施例に係る単結晶引き上げ用黒鉛部品を模式的に示した断面図である。

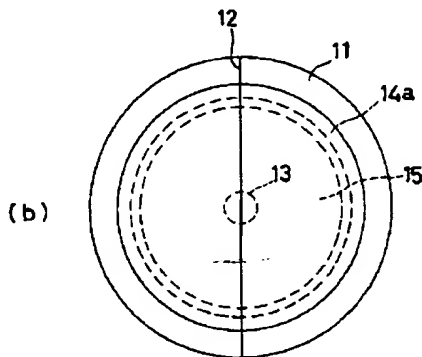
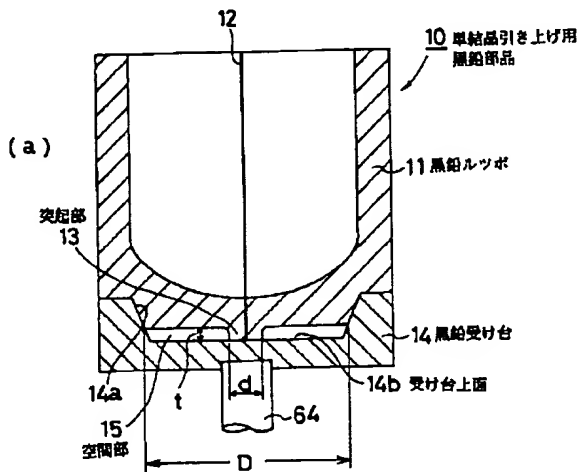
【図6】CZ法に用いられる従来の結晶成長装置を示した模式的断面図である。

【図7】従来の単結晶引き上げ用黒鉛部品に石英ルツボがセットされた状態を示した模式的断面図であり、

(a)は縦断面図、(b)は(a)におけるA-A線断面図を示している。

【図8】従来の単結晶引き上げ用黒鉛部品を模式的に示した断面図であり、(a)は残留熔融液の凝固状態、(b)は残留熔融液の凝固が完了したときの応力発生状態を示している。

【図1】



態を示している。

【符号の説明】

10、20、30、40、50 単結晶引き上げ用黒鉛部品

11、21、31、41、51 黒鉛ルツボ

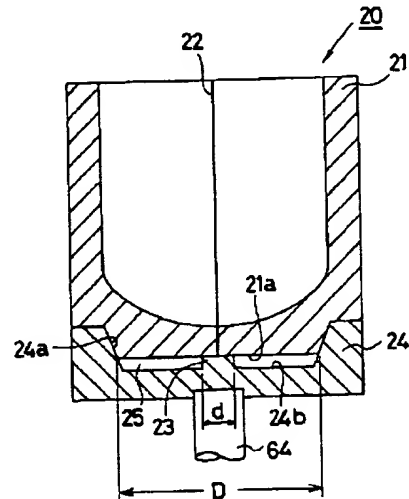
13、23、33、43 突起部

14、24、34、44、54 黒鉛受け台

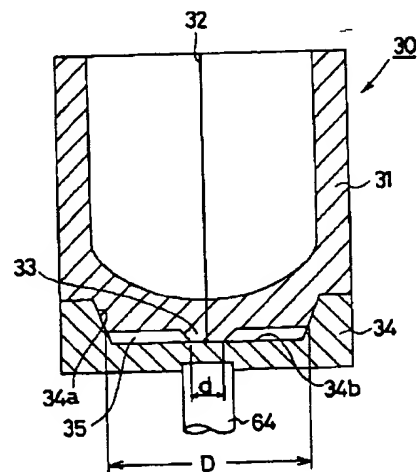
14b、24b、34b、44b、54b 受け台上面

15、25、35、45、55 空間部

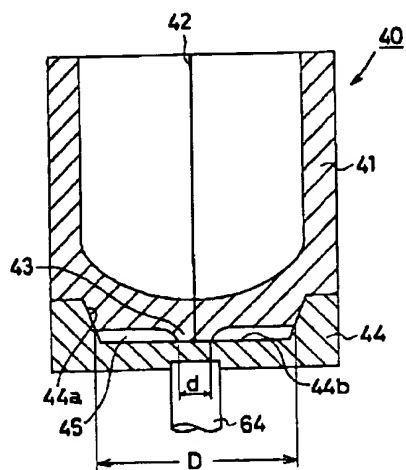
【図2】



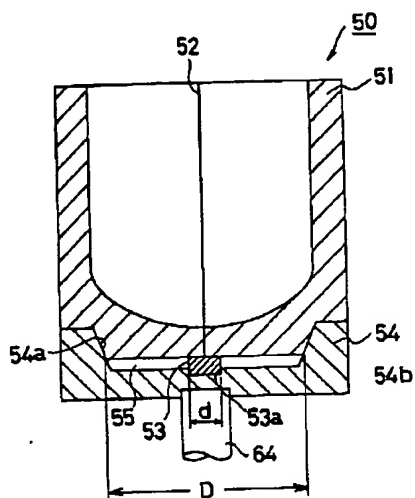
【図3】



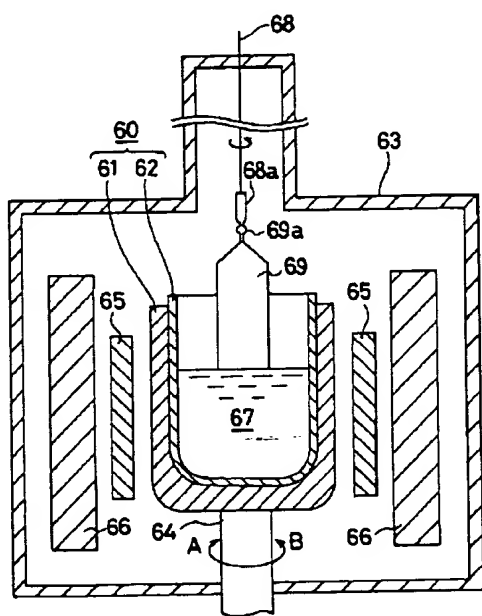
【図 4】



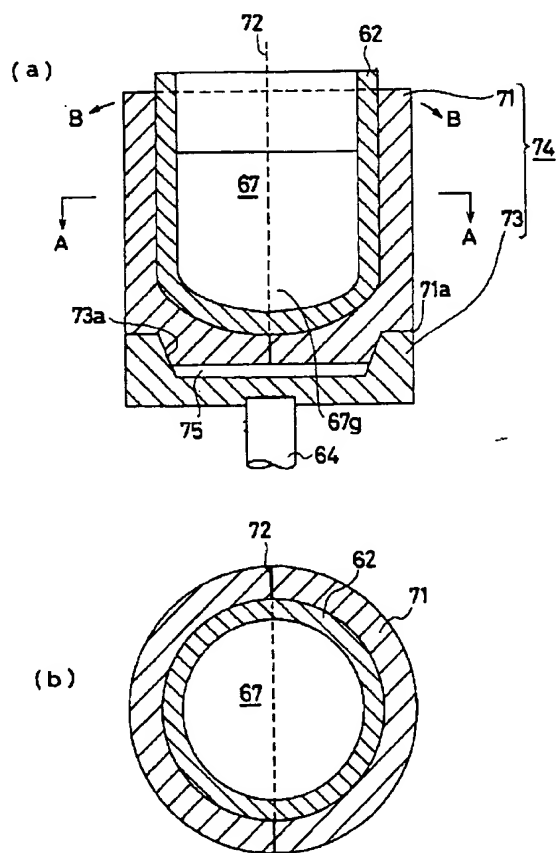
【図 5】



【図 6】



【図 7】



【図8】

